


WATER- AND OIL-REPELLENT TREATMENT OF TEXTILE PRODUCT**Publication number:** JP2002266245**Publication date:** 2002-09-18**Inventor:** YAMAGUCHI FUMIHIKO; YAMAMOTO IKUO; KUSUMI YOSHIYO**Applicant:** DAIKIN IND LTD**Classification:**

- international: *B05D3/02; B05D3/04; C08K5/36; C08L27/12; C08L33/00; C08L61/10; C09K3/18; D06M13/248; D06M15/277; D06M15/41; D06M23/00; A47G27/00; B05D3/02; B05D3/04; C08K5/00; C08L27/00; C08L33/00; C08L61/00; C09K3/18; D06M13/00; D06M15/21; D06M15/37; D06M23/00; A47G27/00; (IPC1-7): A47G27/00; D06M15/277; C08K5/36; C08L27/12; C08L33/00; C08L61/10; C09K3/18; D06M13/248; D06M15/41; D06M23/00*

- european:**Application number:** JP20010070523 20010313**Priority number(s):** JP20010070523 20010313**Also published as:** US6472019 (B1)**Report a data error here****Abstract of JP2002266245**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a textile product having excellent water and oil repellencies, stain blocking properties and yellowing resistance. **SOLUTION:** This method for producing a treated textile product comprises (1) a step of preparing a treating liquid containing a water and oil repellent and a stain blocking agent, (2) a step of regulating the pH of the treating liquid to ≤ 7 , (3) a step of applying the resultant treating liquid to a textile product, (4) a step of treating the textile product with steam and (5) a step of washing the treated textile product with water and dehydrating the washed textile product. The treating liquid comprises a sulfated fatty acid compound.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-266245

(P2002-266245A)

(43) 公開日 平成14年9月18日 (2002.9.18)

| (51) Int.Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テ-マコ-ト*(参考) |
|--------------------------------------|------|----------------|-------------|
| D 0 6 M 15/277 | | D 0 6 M 15/277 | 3 B 1 2 0 |
| C 0 8 K 5/36 | | C 0 8 K 5/36 | 4 H 0 2 0 |
| C 0 8 L 27/12 | | C 0 8 L 27/12 | 4 J 0 0 2 |
| 33/00 | | 33/00 | 4 L 0 3 1 |
| 61/10 | | 61/10 | 4 L 0 3 3 |
| 審査請求 未請求 請求項の数13 O L (全 15 頁) 最終頁に続く | | | |

(21) 出願番号 特願2001-70523(P2001-70523)

(22) 出願日 平成13年3月13日 (2001.3.13)

(71) 出願人 000002853

ダイキン工業株式会社

大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号

梅田センタービル

(72) 発明者 山口 史彦

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン

工業株式会社淀川製作所内

(72) 発明者 山本 育男

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン

工業株式会社淀川製作所内

(74) 代理人 100062144

弁理士 青山 葆 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 繊維製品の撥水撥油処理

(57) 【要約】

【課題】 優れた撥水性、撥油性、ステインブロック性および耐黄変性を有する繊維製品を提供する。

【解決手段】 処理繊維製品の製造方法が、(1) 撥水撥油剤およびステインブロック剤を含む処理液を調製する工程、(2) 処理液のpHを7以下にする工程、

(3) 繊維製品に処理液を適用する工程、(4) 繊維製品をスチーム処理する工程、および(5) 繊維製品を水洗して脱水する工程を有してなる。該処理液が硫酸化脂肪酸化合物を含有する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (1) 撥水撥油剤およびステインブロッ
ク剤を含む処理液を調製する工程、

(2) 処理液のpHを7以下にする工程、

(3) 繊維製品に処理液を適用する工程、

(4) 繊維製品をスチーム処理する工程、および

(5) 繊維製品を水洗して脱水する工程

を有してなる処理繊維製品の製造方法であって、
該撥水撥油剤が、含フッ素重合体および含フッ素低分子
化合物からなる群から選択された少なくとも1種の含フ
ッ素化合物を含んでなり、該処理液が硫酸化脂肪酸化合
物を含有する方法。

【請求項2】 硫酸化脂肪酸化合物が、硫酸化脂肪酸ト
リエステルおよびその塩、硫酸化脂肪酸ジエステルおよ
びその塩、硫酸化脂肪酸モノエステルおよびその塩から
なる群から選択されたものである請求項1に記載の方法。

【請求項3】 含フッ素重合体が、フルオロアルキル基
を含有する単量体から誘導された構成単位を有する請求
項1に記載の方法。

【請求項4】 含フッ素重合体が、

(A-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導
された構成単位、および

(A-II)塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから
誘導された構成単位を有する含フッ素重合体(A)であ
る請求項1に記載の方法。

【請求項5】 含フッ素重合体(A)が、

(A-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導
された構成単位、

(A-II)塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから
誘導された構成単位、

(A-III)フッ素を含まない単量体から誘導された構成
単位、および

(A-IV)架橋性単量体から誘導された構成単位
を有するものである請求項4に記載の方法。

【請求項6】 含フッ素重合体が、

(B-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導
された構成単位を有し、

塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導され
た構成単位を有しない含フッ素重合体(B)である請求
項1に記載の方法。

【請求項7】 含フッ素重合体が、

(A-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導
された構成単位、および

(A-II)塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから
誘導された構成単位を有する含フッ素重合体(A)と、

(B-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導
された構成単位を有し、

塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導され
た構成単位を有しない含フッ素重合体(B)との混合物

である請求項1に記載の方法。

【請求項8】 ステインブロッカー剤が、フェノール/ホ
ルムアルデヒド縮合体、アクリル系重合体、またはフェ
ノール/ホルムアルデヒド縮合体とアクリル系重合体と
の混合物である請求項1に記載の方法。

【請求項9】 工程(2)において処理液のpHを3以下
にする請求項1に記載の方法。

【請求項10】 請求項1に記載の方法により得られた
繊維製品。

【請求項11】 請求項1に記載の方法により得られた
カーペット。

【請求項12】 カーペットがナイロン繊維、ポリプロ
ピレン繊維および/またはポリエステル繊維からなる請
求項11に記載のカーペット。

【請求項13】 (1) 撥水撥油剤およびステインブ
ロック剤を含む処理液を調製する工程、

(2) 処理液のpHを7以下にする工程、

(3) 繊維製品に処理液を適用する工程、

(4) 繊維製品をスチーム処理する工程、および

(5) 繊維製品を水洗して脱水する工程

を有してなる処理繊維製品の製造方法において使用され
る処理液であって、

該撥水撥油剤が、含フッ素重合体および含フッ素低分子
化合物からなる群から選択された少なくとも1種の含フ
ッ素化合物を含んでなり、該処理液が硫酸化脂肪酸化合
物を含有する処理液。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、繊維製品に、優れた撥水性、撥油性、ステインブロッカー性および耐黄変性を付与する処理に関する。本発明の方法はカーペット用として特に有用である。

【0002】

【従来の技術】従来、繊維製品(例えば、カーペット)に撥水性、撥油性および防汚性を付与するために、種々の処理方法が提案されている。例えば、処理液のpHを低くし、繊維製品に処理液を適用し、繊維製品をスチーム加熱処理し、水洗し、脱水することからなる繊維製品の処理方法(以下、「Exhaust法」と呼ぶことがある。)が、提案されている。Exhaust法を用いた繊維製品処理法は、米国特許第5,073,442号、米国特許第5,520,962号および米国特許第5,516,337号、国際公開WO98/50619号において、提案されている。

【0003】米国特許第5,073,442号は、フッ素化合物からなる撥水撥油剤と、ホルムアルデヒド縮合体と、アクリルポリマーとを用いて、Exhaust法を行う繊維製品の処理方法を開示している。米国特許第5,520,962号は、フッ素化合物とポリマーバインダーを用いてExhaust法を行うカーペットの処

理方法を開示している。米国特許第5,516,337号は、フッ素系撥水撥油剤と、硫酸アルミニウム等の金属化合物を用いて、Exhaust法を行う繊維製品の処理方法を開示している。さらに、国際公開WO98/50619号は、フッ素系撥水撥油剤と、マグネシウム塩などの塩とを用いて、Exhaust法を行うカーペットの処理方法を開示している。

【0004】これらの方法に従ってExhaust法を行った場合に、十分な撥水性、撥油性、ステインブロック性および耐黄変性は得られていなかった。

【0005】

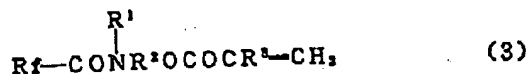
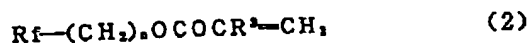
【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、Exhaust法を用いた場合に、撥水性、撥油性、ステインブロック性および耐黄変性に優れた繊維製品を与えることにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、(1)撥水撥油剤およびステインブロック剤を含む処理液を調製する工程、(2)処理液のpHを7以下にする工程、(3)繊維製品に処理液を適用する工程、(4)繊維製品をスチーム処理する工程、および(5)繊維製品を水洗して脱水する工程を有してなる処理繊維製品の製造方法であって、該撥水撥油剤が、含フッ素重合体および含フッ素低分子化合物からなる群から選択された少なくとも1種の含フッ素化合物を含んでなり、該処理液が硫酸化脂肪酸化合物を含有する方法を提供する。さらに、本発明は、上記方法によって得られる繊維製品、および上記方法において用いる処理液を提供する。

【0007】本発明において使用する手法は、含フッ素化合物およびステインブロック剤を含む処理液のpHを低くし、繊維製品に処理液を適用し、繊維製品を加熱処理し、水洗し、脱水することからなるExhaust法である。

【0008】本発明の方法の工程(1)において、繊維*



【0015】

*製品に適用するための、撥水撥油剤およびステインブロック剤を含む処理液を調製する。処理液は、硫酸化脂肪酸化合物、例えば硫酸化ヒマシ油をも含む。処理液は、溶液またはエマルション、特に水性エマルションの形態であってよい。

【0009】撥水撥油剤は一般に含フッ素化合物である。含フッ素化合物は、含フッ素重合体および/または含フッ素低分子化合物である。

【0010】含フッ素重合体は、フルオロアルキル基を有する単量体、例えば、フルオロアルキル基を有する(メタ)アクリレート、フルオロアルキル基含有マレエートもしくはフマレートあるいはフルオロアルキル基含有ウレタンから誘導された構成単位を有する重合体であってよい。

【0011】フルオロアルキル基含有(メタ)アクリル酸エステルは、次の一般式で表されるものであってよい。



【式中、Rfは炭素数3~21のフルオロアルキル基、R¹¹は水素またはメチル基、Aは2価の有機基である。】

【0012】上記式において、Aは、1~20個の炭素原子をもつ直鎖状または分岐状のアルキレン基、-SO₂N(R¹¹)R¹²-基または-CH₂CH(OR¹³)CH₂-基(但し、R¹¹は1~10個の炭素原子をもつアルキル基、R¹²は1~10個の炭素原子をもつ直鎖状または分岐状のアルキレン基、R¹³は水素原子または1~10個の炭素原子をもつアシル基である。)であってよい。

【0013】フルオロアルキル基含有(メタ)アクリレートとしては、例えば以下のものを例示できる。

【0014】

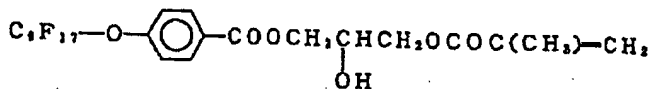
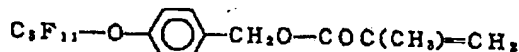
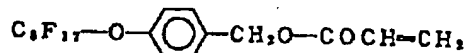
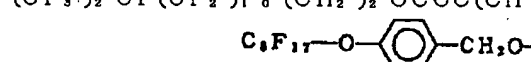
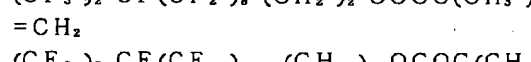
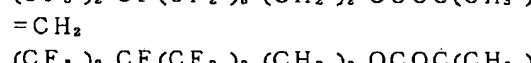
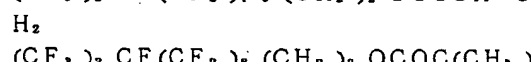
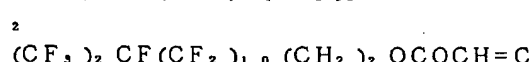
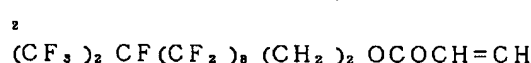
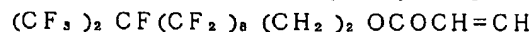
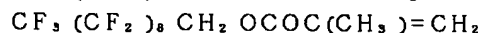
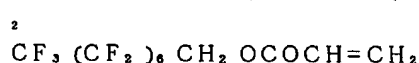
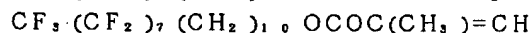
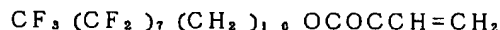
【化1】

【化2】

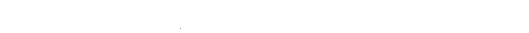
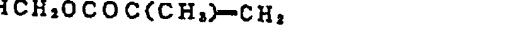
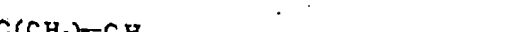
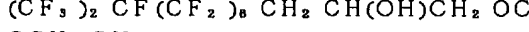
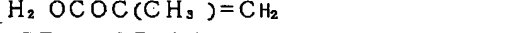
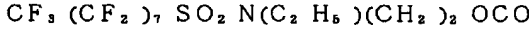
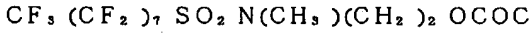
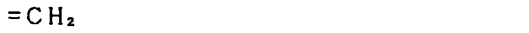
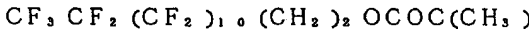
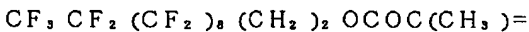
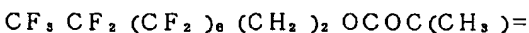
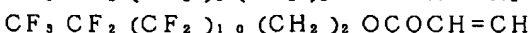
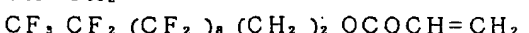
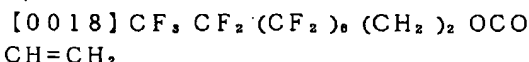
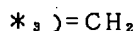


【0016】[式中、Rfは炭素数3～21のフルオロアルキル基、R¹は水素または炭素数1～10のアルキル基、R²は炭素数1～10のアルキレン基、R³は水素またはメチル基、Arは置換基を有することもあるアリーレン基、nは1～10の整数である。]

【0017】フルオロアルキル基含有(メタ)アクリレートの実例は次のとおりである。



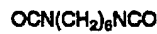
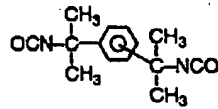
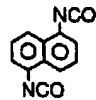
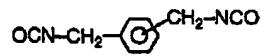
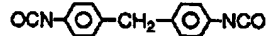
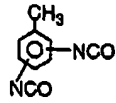
【0020】含フッ素重合体を誘導するフルオロアルキル基含有ウレタンモノマーは、(a)少なくとも2つのイソシアネート基を有する化合物、(b)1つの炭素-炭素二重結合および少なくとも1つのヒドロキシル基またはアミノ基を有する化合物、および(c)1つのヒドロキシル基またはアミノ基を有する含フッ素化合物を反応させることによって得られる。化合物(a)の例は、以下のとおりである。



(5)

特開 2002-266245

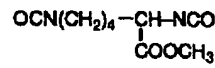
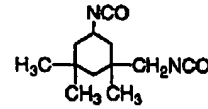
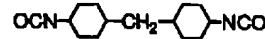
7



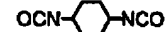
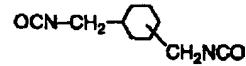
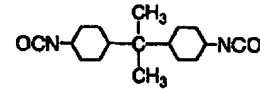
【0022】

【化5】

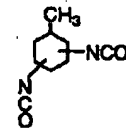
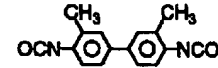
8



10



20



30 【0023】化合物(a)は好ましくはジイソシアネートである。しかし、トリイソシアネートおよびポリイソシアネートも反応に使用できる。たとえば、ジイソシアネートの3量体、ポリメリックMDI(ジフェニルメタジイソシアネート)、更には、トリメチロールプロパン、トリメチロールエタン、グリセリン等の多価アルコールとジイソシアネートのアダクト体も反応に使用できる。

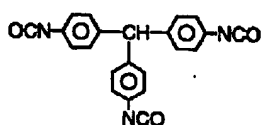
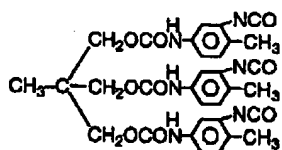
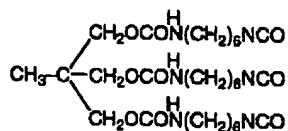
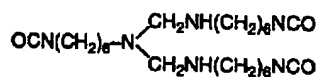
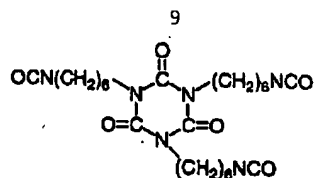
【0024】トリイソシアネートおよびポリイソシアネートの例は、以下のとおりである。

40 【0025】

【化6】

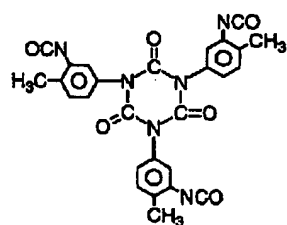
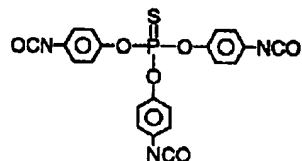
(6)

特開2002-266245



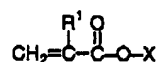
【0026】

【化7】



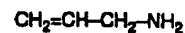
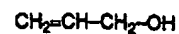
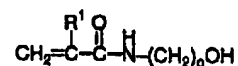
【0027】化合物(b)は、例えば、式：

【化8】



【化9】

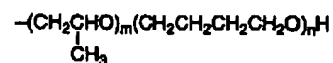
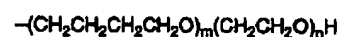
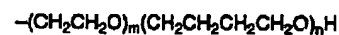
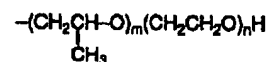
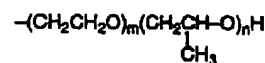
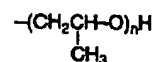
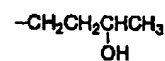
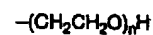
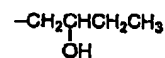
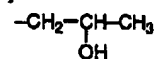
10



で示される化合物であってよい。

【0028】式中、R¹は水素原子またはメチル基である。Xは次の通りである。

10 【化10】

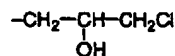
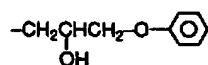
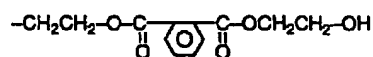
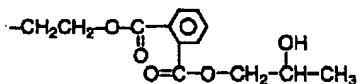
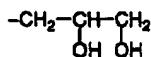


30

【0029】

40 【化11】

11



[式中、mおよびnは、1～300の数である。]

【0030】化合物(c)は、式：

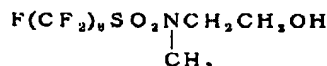
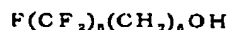
$\text{R}_1-\text{R}^1-\text{OH}$ または

$\text{R}_1-\text{R}^1-\text{NH}_2$

[式中、 R_1 は、炭素数1～22のフルオロアルキル基を表わす。 R^1 は炭素数1～10のアルキレン基を表わし、ヘテロ原子を含んでいてもよい。]で示される化合物であってよい。

【0031】化合物(c)の例は、

[化12]



であってよい。

【0032】化合物(a)、(b)および(c)は、(a)がジイソシアネートの時、(a)1モルに対し、(b)、(c)ともに1モル、(a)がトリイソシアネートの時、(a)1モルに対し(b)1モル、(c)2モルで反応させてよい。

【0033】本発明で使用する撥水撥油剤の例は、

(A) 塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導された構成単位を有する含フッ素重合体、ならびに

(B) 塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導された構成単位を有しない含フッ素重合体である。

12

【0034】含フッ素重合体(A)および(B)は、フルオロアルキル基を有する単量体、例えば、フルオロアルキル基を有する(メタ)アクリレート、フルオロアルキル基含有マレエートもしくはフマレートあるいはフルオロアルキル基含有ウレタンから誘導された構成単位を有する重合体であってよい。

【0035】含フッ素重合体(A)は、例えば、(A-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導された構成単位、および(A-II)塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導された構成単位を有する共重合体であってよい。含フッ素重合体(A)の一例は、(A-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導された構成単位、(A-II)塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導された構成単位、(A-III)フッ素を含まない単量体から誘導された構成単位、および(A-IV)架橋性単量体から誘導された構成単位を有する共重合体である。

【0036】含フッ素重合体(B)は、例えば、(B-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導された構成単位を有し、塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導された構成単位を有しない重合体であってよい。含フッ素重合体(B)の一例は、(B-I)フルオロアルキル基を含有する単量体から誘導された構成単位、(B-II)フッ素を含まない単量体から誘導された構成単位、および(B-III)架橋性単量体から誘導された構成単位を有し、塩化ビニルおよび/または塩化ビニリデンから誘導された構成単位を有しない共重合体である。

【0037】構成単位(A-I)および(B-I)はフルオロアルキル基を含有する(メタ)アクリル酸エステルから誘導された構成単位であることが好ましい。

【0038】構成単位(A-III)および(B-II)は、フッ素を含有しないビニル性単量体から誘導されることが好ましい。構成単位(A-III)および(B-II)を形成する好ましい単量体としては、例えば、エチレン、酢酸ビニル、アクリロニトリル、スチレン、アルキル(メタ)アクリレート、ポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコール(メタ)アクリレート、メトキシポリエチレングリコール(メタ)アクリレート、メトキシポリプロピレングリコール(メタ)アクリレート、ビニルアルキルエーテル、イソブレンなどが例示されるが、これらに限定されるものではない。

【0039】構成単位(A-III)および(B-II)を形成する単量体は、アルキル基を含有する(メタ)アクリル酸エステルであってよい。アルキル基の炭素数は、1～30、例えば、6～30、例示すれば、10～30であってよい。例えば、構成単位(A-III)および(B-II)を形成する単量体は一般式： $\text{CH}_2=\text{CA}^1\text{COOA}$

2 [式中、 A^1 は水素原子またはメチル基、 A^2 は $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ ($n=1\sim30$)で示されるアルキル基である。]で

示されるアクリレート類であってよい。これらのモノマーを共重合させることにより、撥水撥油性や防汚性およびこれらの性能の耐クリーニング性、耐洗滌性、耐摩耗性、溶剤への溶解性、硬さ、感触などの種々の性質を必要に応じて改善することができる。

【0040】構成単位(A-IV)および(B-III)を形成する架橋性単量体は、少なくとも2つの反応性基を有するフッ素を含有しないビニル性単量体であってよい。架橋性単量体は、少なくとも2つの炭素-炭素二重結合を有する化合物、あるいは少なくとも1つの炭素-炭素二重結合および少なくとも1つの反応性基を有する化合物であってよい。

【0041】架橋性単量体としては、例えば、ジアセトンアクリルアミド、(メタ)アクリルアミド、N-メチロールアクリルアミド、ヒドロキシメチル(メタ)アクリレート、ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、N,N-ジメチルアミノエチル(メタ)アクリレート、N,N-ジエチルアミノエチル(メタ)アクリレート、ブタジエン、クロロプレン、グリジシル(メタ)アクリレートなどが例示されるが、これらに限定されるものでない。これらのモノマーを共重合させることにより、撥水撥油性や防汚性およびこれらの性能の耐クリーニング性、耐洗滌性、溶剤への溶解性、硬さ、感触などの種々の性質を必要に応じて改善することができる。

【0042】含フッ素重合体、例えば、含フッ素重合体(A)および含フッ素重合体(B)の重量平均分子量は、2000~1000000、例えば10000~200000であることが好ましい。含フッ素重合体(A)に対して、構成単位(A-I)の量が40~89.9重量%、より好ましくは50~79.5重量%、構成単位(A-II)の量が5~50重量%、より好ましくは10~40重量%、構成単位(A-III)の量が5~54.9重量%、より好ましくは10~40重量%、構成単位(A-IV)の量が0.1~10重量%、より好ましくは0.5~5重量%であることが好ましい。

【0043】含フッ素重合体(B)に対して、構成単位(B-I)の量が39~94.9重量%、より好ましくは50~89.5重量%、構成単位(B-II)の量が5~60重量%、より好ましくは10~40重量%、構成単位(B-III)の量が0.1~10重量%、より好ましくは0.5~5重量%であることが好ましい。

【0044】撥水撥油性として、含フッ素重合体(A)と含フッ素重合体(B)の混合物を使用してもよい。この混合物において、含フッ素重合体(A)と含フッ素重合体(B)の重量比は、1:99~99:1、例えば10:90~90:10であってよい。

【0045】本発明における含フッ素重合体は通常の重合方法の何れでも製造でき、また重合反応の条件も任意に選択できる。このような重合方法として、溶液重合、

乳化重合が挙げられる。特に乳化重合が好ましい。

【0046】溶液重合では、重合開始剤の存在下で、単量体を有機溶剤に溶解させ、窒素置換後、例えば50~120℃の範囲で1~10時間、加熱攪拌する方法が採用される。重合開始剤としては、例えばアゾビスイソブチロニトリル、ベンゾイルパーオキシド、ジ-*t*-ブチルパーオキシド、ラウリルパーオキシド、クメンヒドロパーオキシド、*t*-ブチルパーオキシビバレート、ジイソプロピルパーオキシジカーボネートなどが挙げられる。重合開始剤は単量体100重量部に対して、0.01~5重量部の範囲で用いられる。

【0047】有機溶剤としては、単量体に不活性でこれらを溶解するものであり、例えば、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン、石油エーテル、テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、酢酸エチル、酢酸ブチル、1,1,2,2-テトラクロロエタン、1,1,1-トリクロロエタン、トリクロロエチレン、パークロロエチレン、テトラクロロジフルオロエタン、トリクロロトリフルオロエタンなどが挙げられる。有機溶剤は単量体の合計100重量部に対して、50~1000重量部の範囲で用いられる。

【0048】乳化重合では、重合開始剤および乳化剤の存在下で、単量体を水中に乳化させ、窒素置換後、例えば50~80℃の範囲で1~10時間、攪拌して共重合させる方法が採用される。重合開始剤は、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、*t*-ブチルパーベンゾエート、1-ヒドロキシシクロヘキシルヒドロ過酸化物、3-カルボキシプロピオニル過酸化物、過酸化アセチル、アゾビスイソブチルアミジン二塩酸塩、アゾビスイソブチロニトリル、過酸化ナトリウム、過硫酸カリウム、過硫酸アンモニウムなどの水溶性のものやアゾビスイソブチロニトリル、ベンゾイルパーオキシド、ジ-*t*-ブチルパーオキシド、ラウリルパーオキシド、クメンヒドロパーオキシド、*t*-ブチルパーオキシビバレート、ジイソプロピルパーオキシジカーボネートなどの油溶性のものが用いられる。重合開始剤は単量体100重量部に対して、0.01~5重量部の範囲で用いられる。

【0049】放置安定性の優れた共重合体水分散液を得るためには、高圧ホモジナイザーや超音波ホモジナイザーのような強力な破碎エネルギーを付与できる乳化装置を用いて、単量体を水中に微粒子化し、水溶性重合開始剤を用いて重合することが望ましい。また、乳化剤としてはアニオン性、カチオン性あるいはノニオン性の各種乳化剤を用いることができ、単量体100重量部に対して、0.5~10重量部の範囲で用いられる。単量体が完全に相溶しない場合は、これら単量体に十分に相溶させるような相溶化剤、例えば、水溶性有機溶剤や低分子量の単量体を添加することが好ましい。相溶化剤の添加

により、乳化性および共重合性を向上させることが可能である。

【0050】水溶性有機溶剤としては、アセトン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、プロピレングリコール、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、エタノールなどが挙げられ、水100重量部に対して、1~50重量部、例えば10~40重量部の範囲で用いてよい。

【0051】含フッ素低分子化合物は、分子量2000未満、例えば500~1500であってよく、フルオロアルキル基含有化合物であってよい。含フッ素低分子化合物は、例えばフルオロアルキル基含有ウレタン、フルオロアルキル基含有エステルであってよい。

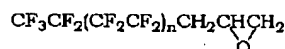
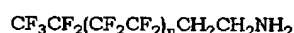
【0052】フルオロアルキル基含有ウレタンは、

(i) 少なくとも2つのイソシアネート基を有する化合物、(ii) 1つのヒドロキシル基、アミノ基またはエポキシ基を有する含フッ素化合物を反応させることによって得られる。

【0053】少なくとも2つのイソシアネート基を有する化合物(i)の例は、上記の含フッ素共重合体を誘導するフルオロアルキル基含有ウレタンモノマーの少なくとも2つのイソシアネート基を有する化合物(a)の例と同様のものである。

【0054】1つのヒドロキシル基、アミノ基またはエポキシ基を有する含フッ素化合物(ii)の具体例は、以下のとおりである。

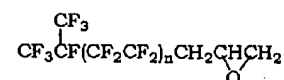
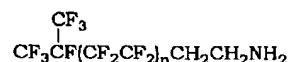
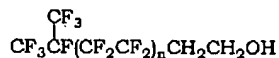
【化13】



[n=2~8]

【0055】

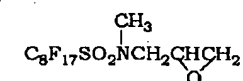
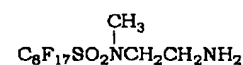
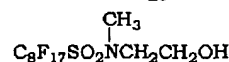
【化14】



[n=2~8]

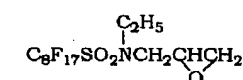
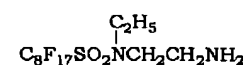
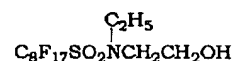
【0056】

【化15】



【0057】

【化16】



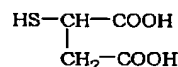
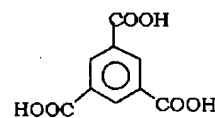
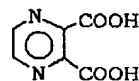
【0058】フルオロアルキル基含有エステルは、(i) 多価カルボン酸化合物、(ii) 1つのヒドロキシル基、アミノ基またはエポキシ基を有する含フッ素化合物を反応させることによって得られる。

【0059】多価カルボン酸化合物は、2以上、好ましくは2~4個のカルボン酸基を有する化合物である。多価カルボン酸化合物の具体例は、以下のとおりである。

$\text{HOOC}(\text{CH}_2)_n\text{COOH}$ [n=2, 4, 6]

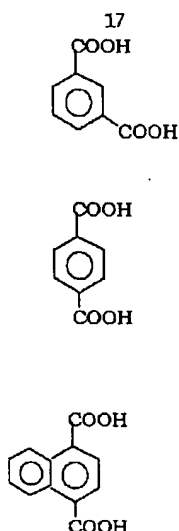
【0060】

【化17】

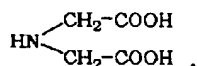
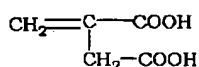


【0061】

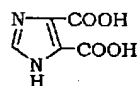
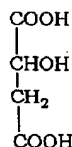
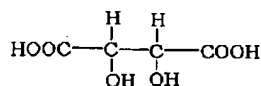
【化18】



【0062】
【化19】



【化20】



【0063】フルオロアルキル基含有エステルを形成する1つのヒドロキシル基、アミノ基またはエポキシ基を有する含フッ素化合物 (i i) の例は、上記のフルオロアルキル基含有ウレタンを形成する1つのヒドロキシル基、アミノ基またはエポキシ基を有する含フッ素化合物 (i i) の例と同様のものである。

【0064】含フッ素化合物は、含フッ素重合体であつ

ても、含フッ素低分子化合物であっても、含フッ素重合体と含フッ素低分子化合物の混合物であってもよい。

【0065】撥水撥油剤中の含フッ素化合物の占める割合は、60重量%以下、好ましくは1~40重量%、例えば1~30重量%であつてよい。乳化剤の量は、含フッ素化合物100重量部に対して、0.5~15重量部であつてよい。

【0066】ステインブロック剤は、フェノール/ホルムアルデヒド縮合体、アクリル系重合体、ならびにフェノール/ホルムアルデヒド縮合体とアクリル系重合体との混合物であることが好ましい。フェノール/ホルムアルデヒド縮合体の例は、スルホン化フェノール樹脂などである。アクリル系重合体の例は、メタクリル酸系ポリマー（例えば、メタクリル酸のホモポリマー、メタクリル酸のコポリマー、例示すれば、メタクリル酸/ブチルメタクリル酸コポリマー）などである。

【0067】硫酸化脂肪酸化合物は、硫酸化された脂肪酸、硫酸化された脂肪酸エステルまたは硫酸化された脂肪酸エステルの塩であつてよい。硫酸化脂肪酸化合物の例は、硫酸化脂肪酸トリエステルおよびその塩、硫酸化脂肪酸ジエステルおよびその塩、硫酸化脂肪酸モノエステルおよびその塩である。

【0068】脂肪酸は、飽和脂肪酸または不飽和脂肪酸であつてよい。飽和脂肪酸の例は、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ヒドロキシステアリン酸などである。不飽和脂肪酸は少なくとも1つ（特に、1つ、2つまたは3つ）の炭素-炭素二重結合を有する化合物であり、不飽和脂肪酸の例は、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、リシノレイン酸、エルシン酸などである。脂肪酸の炭素数は、一般に、4~22、例えば6~20、特に8~22である。

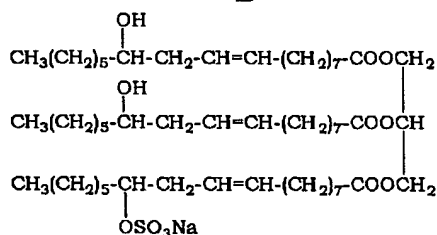
【0069】脂肪酸エステルを形成するアルコールの例は、1価~4価のアルコール、例えば炭素数5~20の高級アルコール、グリセリンなどである。脂肪酸エステルの塩における金属は、アルカリ金属、例えば、カリウム、ナトリウム、アルカリ土類金属、例えば、カルシウム、マグネシウムなどである。

【0070】硫酸化脂肪酸化合物は、一般に、脂肪酸の混合物であり天然に産する油脂（一般に、脂肪酸トリエステル）またはロウ（一般に、脂肪酸モノエステル）を硫酸化することによって得られる。硫酸化油脂の例は、硫酸化ヤシ油、硫酸化パーム核油、硫酸化落花生油、硫酸化オリーブ油、硫酸化ヒマシ油、硫酸化ナタネ油、硫酸化牛脂などである。硫酸化ロウの例は、硫酸化マッコー鯨油である。硫酸化ヒマシ油は、例えば、次の式で示される化合物などである。

【0071】

【化21】

19



【0072】処理液は、塩、特に金属塩をも含んでもよい。処理液のpHが低い（例えば、1.8以下、特に1.5以下）場合には、処理液は塩を含有しなくてもよい。処理液のpHが比較的高い（例えば、1.8を超える、特に2.0以上）場合には、処理液は塩を含有することが好ましい。

【0073】塩は、例えば、1価または2価の金属の塩であってよい。塩の例は、LiCl、NaCl、NaBr、NaI、CH₃COONa、KCl、CsCl、Li₂SO₄、Na₂SO₄、NH₄Cl、(NH₄)₂SO₄、(CH₃)₄NCl、MgCl₂、MgSO₄、CaCl₂、Ca(CH₃COO)₂、SrCl₂、BaCl₂、ZnCl₂、ZnSO₄、FeSO₄、CuSO₄、HCOOLi、HCOOK、HCOONa、(HCOO)₂Ca、HCOOCs、HCOONH₄、CH₃COOLi、CH₃COOK、(HCOO)₂Mg、(CH₃COO)₂Mg、(CH₃COO)₂Ca、(CH₃COO)₂Zn、(COOK)₂、(COONa)₂などである。

【0074】本発明の方法の工程（2）において、処理液のpHを7以下にする。処理液のpHは7以下である。処理液のpHは、好ましくは4以下、より好ましくは3以下、例えば2.5以下である。pHを低下させるには、酸、例えば、シトラコン酸水溶液、スルファミン酸水溶液などを処理液に添加すればよい。

【0075】本発明の方法の工程（3）において、繊維製品に処理液を適用する。撥水撥油剤は、従来既知の方法により被処理物（繊維製品）に適用することができる。処理液の適用は、浸漬、噴霧、塗布などにより行える。通常、処理液は、有機溶剤または水で希釈して、布（例えば、カーペット生地）あるいは糸（例えば、カーペット糸）あるいは原繊維に対して浸漬塗布、スプレー塗布、泡塗布などのような既知の方法により、被処理物の表面に付着される。また、必要ならば、適当な架橋剤と共に適用し、キュアリングを行ってもよい。さらに、防虫剤、柔軟剤、抗菌剤、難燃剤、帯電防止剤、塗料定着剤、防シワ剤などを添加して併用することも可能である。

【0076】処理液における含フッ素化合物の濃度は0.02～30重量%、好ましくは0.02～10重量%であってよい。処理液におけるステインブロック剤の濃度は、0.05～20重量%、例えば0.1～10重量%であってよい。処理液における硫酸化脂肪酸化合物の濃度は、0.01～20重量%、例えば0.05～15重量%であってよい。処理液における塩の濃度は、10重量%以下、例えば0.05～5重量%であってよい。

20

【0077】本発明の方法の工程（4）において、繊維製品を加熱処理する。加熱処理は、例えば、スチーム（例えば、80～110℃）を常圧で、例えば10秒～30分間繊維製品にあてることによって行える。

【0078】本発明の方法の工程（5）において、繊維製品を水洗して、脱水する。加熱処理した繊維製品を少なくとも1回の水で洗浄する。次いで、過剰の水を除去するために、通常の脱水方法、例えば遠心分離、バキュームなどにより脱水する。工程（5）の後に、繊維製品を乾燥させることができる。

【0079】本発明において、処理される物品は繊維製品であり、特にカーペットであることが好ましい。繊維製品としては種々の例を挙げることができる。例えば、綿、麻、羊毛、絹などの動植物性天然繊維、ポリアミド、ポリエステル、ポリビニルアルコール、ポリアクリロニトリル、ポリ塩化ビニル、ポリプロピレンなどの合成繊維、レーヨン、アセテートなどの半合成繊維、ガラス繊維、炭素繊維、アスベスト繊維などの無機繊維、あるいはこれらの混合繊維が挙げられる。本発明の方法は、洗剤溶液、ブラッシング（機械的）に対する優れた抵抗性を与えるので、ナイロン繊維、ポリプロピレン繊維および／またはポリエステル繊維からなるカーペットに対して好適に使用できる。

【0080】繊維製品は、繊維、糸、布等の形態のいずれであってもよい。本発明の方法に従ってカーペットを処理する場合に、繊維または糸を処理した後にカーペットを形成してもよいし、あるいは形成されたカーペットを処理してもよい。

【0081】

【実施例】本発明の実施例について具体的に説明するが、実施例が本発明を限定するものではない。実施例、比較例で得られたカーペットについて、撥水性、撥油性、ステインブロック（SB）性および黄変性の評価を行った。撥水性、撥油性、ステインブロック性および黄変性の試験方法は次のとおりである。

【0082】撥水性試験

撥剤処理済カーペットを温度21℃、湿度65%の恒温恒湿機に4時間以上保管する。試験液（イソプロピルアルコール（IPA）、水、及びその混合液、表1に示す）も温度21℃で保存したものを使用する。試験は温度21℃、湿度65%の恒温恒湿室で行う。試験液をカーペット上にマイクロピペットで50μl静かに滴下し、10秒間放置後、液滴がカーペット上に4滴または5滴残っていれば、その試験液をパスしたものとする。撥水性は、パスした試験液のイソプロピルアルコール（IPA）含量（体積%）の最大なものをその点数とし、撥水性不良なものから良好なレベルまでFail、0、1、2、3、4、5、6、7、8、9、及び10の12段階で評価する。

【0083】

50 【表1】

表1 撥水性試験液

| 点数 | (体積比%) | |
|------|--------------------------|-----|
| | イソブтилアルコール | 水 |
| 10 | 100 | 0 |
| 9 | 90 | 10 |
| 8 | 80 | 20 |
| 7 | 70 | 30 |
| 6 | 60 | 40 |
| 5 | 50 | 50 |
| 4 | 40 | 60 |
| 3 | 30 | 70 |
| 2 | 20 | 80 |
| 1 | 10 | 90 |
| 0 | 0 | 100 |
| Fail | イソブтилアルコール0/水100に及ばないもの | |

*【0084】撥油性試験

撥剤処理済カーベットを温度21℃、湿度65%の恒温恒湿機に4時間以上保管する。試験液(表2に示す)も温度21℃で保存したものを使用する。試験は温度21℃、湿度65%の恒温恒湿室で行う。試験液をカーベット上にマイクロピペッターで50μl静かに滴下し、30秒間放置後、液滴がカーベット上に4滴または5滴残っていれば、その試験液をパスしたものとする。撥油性は、パスした試験液の最高点数とし、撥油性不良なものから良好なレベルまでFail、1、2、3、4、5、6、7、及び8の9段階で評価する。

【0085】

【表2】

*

表2 撥油性試験液

| 点数 | 試験溶液 | 表面張力(dyne/cm, 25℃) |
|------|---------------------------|--------------------|
| 8 | n-ヘプタン | 20.0 |
| 7 | n-オクタン | 21.8 |
| 6 | n-デカン | 23.5 |
| 5 | n-ドデカン | 25.0 |
| 4 | n-テトラデカン | 26.7 |
| 3 | n-ヘキサデカン | 27.3 |
| 2 | n-ヘキサデカン 35/ヌジョール 65 の混合液 | 29.6 |
| 1 | n-ヌジョール | 31.2 |
| Fail | 1に及ばないもの | |

【0086】ステインブロック(SB)性試験

AATCC Test Method 175-1993 に準じて行った。撥剤処理済カーベット(10cm×10cm)を温度21℃、湿度65%の恒温恒湿機に24時間保管した。Red 40(赤色染料)100mgを1Lの水に溶かし、これをクエン酸でpH2.8となるよう調整した。Red 40水溶液をカップで20ml計り取り、SB試験用のリングをカーベットの中央に置き、Red 40水溶液20mlをリングの中に流し込んだ。リング内でカップを5回上下させた。温度21℃、湿度65%の恒温恒湿機に24時間保管後、カーベットを十分洗し、遠心脱水後、100℃で15分間乾燥させた。AATCC Red 40ステインスケールを用いて目視判定した。SB性は、真っ赤に染色された状態から、全く染色されない状態に至るまでのレベルに対し、1、2、3、4、5、6、7、8、9及び10の10段階で評価した。

【0087】黄変性試験

AATCC Test Method 164-1992 に準じて行った。撥剤処理済カーベット(6cm×6cm)とコントロールリボンNo.1を湿度87.5%、温度40℃、NO₂ 500pphmに設定し

たテストチャンバー(株式会社山崎精機研究所)内に吊り下げ、4サイクル放置した。1サイクルはコントロールリボンNo.1のdEが16.5±1.5となる時間を事前に測定し決定した。4サイクル終了後、チャンバー内から取り出した。カーベットの黄変性はAATCCグレイスケールを用いて目視判定した。目視判定による黄変性は、黄色に変色した状態から、全く変色しない状態に至るまでのレベルに対し、1、2、3、4、5の5段階で評価した。

【0088】製造例1: 含フッ素撥水撥油性剤(a)の製造

$\text{CH}_2=\text{CHCOO}(\text{CH}_2)_2(\text{CF}_2\text{CF}_2)_n\text{CF}_2\text{CF}_3$ (n=3, 4, 5の化合物の重量比が5:3:1の混合物)(FA)、ステアリルアクリレート(S tA)、N-メチロールアクリルアミド(N-MAM)、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリレート(トボレンM)、イオン交換水、n-ラウリルメルカプタン(LSH、連鎖移動剤)、ジオクタデシルジメチルアンモニウムクロライド(カチオン2ABT、カチオン性乳化剤)、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル(エマルゲン98

5、ノニオン性乳化剤)、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル(ノニオンHS-208、ノニオン性乳化剤)、ソルビタンモノパルミテート(ノニオンPP-40R、ノニオン性乳化剤)、ジブロピレングリコールモノメチルエーテル(DPM)を表3に示す量で混合し、混合液を調製した。この混合液を60℃に加熱後、高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、得られた乳化液を1Lオートクレーブに入れ、窒素置換を行い溶存酸素を除去した。次に、純度99%の塩化ビニル(VCI)を表3に示す量で充填し、次いで、開始剤である2, 2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)・2塩酸塩(V-50)を表3に示す量で仕込んだ。攪拌下、60℃で8時間共重合反応を行わせて、塩化ビニル含有共重合体エマルジョンを得た。次に水で希釈し、固形物含有量30重量%のエマルジョンとした。

【0089】製造例2： 含フッ素撥水撥油剤(b)の製造

$\text{CH}_2=\text{CHCOO}(\text{CH}_2)_2(\text{CF}_2\text{CF}_2)_n\text{CF}_2\text{CF}_3$ (n=3, 4, 5の化合物の重量比が5:3:1の混合物)(FA)、ステアリルアクリレート(STA)、2-ヒドロキシエチルメタクリレート(2EHA)、グリシジル*

*メタクリレート(ブレンマーG)、N-メチロールアクリルアミド(N-MAM)、3-クロロ-2-ヒドロキシプロピルメタクリレート(トボレンM)、イオン交換水、n-ラウリルメルカプタン(LSH)、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル硫酸アンモニウム(ハイテノールN-17、アニオン性乳化剤)、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル(ノニオンHS-220、ノニオン性乳化剤)、ソルビタンモノラウレート(LP-20R、ノニオン性乳化剤)、ジブロピレングリコールモノメチルエーテル(DPM)を表3に示す量で混合し、混合液を調製した。

【0090】この混合液を60℃に加熱後、高圧ホモジナイザーを用いて乳化し、得られた乳化液を1Lオートクレーブに入れ、窒素置換を行い溶存酸素を除去した。次いで、開始剤である過硫酸アンモニウム(APS)を表3に示す量で仕込んだ。攪拌下、60℃で8時間共重合反応を行わせて、含フッ素含有共重合体エマルジョンを得た。その後水で希釈し、固形物含有量30重量%のエマルジョンとした。

【0091】

【表3】仕込みモノマー組成比(重量(g))

| | 製造例1 | 製造例2 |
|----------------------------|------|------|
| SFA | 90.4 | 79.2 |
| STA | 6.0 | 19.1 |
| VCI(塩ビ) | 14.7 | - |
| 2EHA | - | 19.1 |
| ブレンマーG | - | 2.6 |
| N-MAM | 2.4 | 3.0 |
| トボレンM | 0.6 | 1.3 |
| LSH | 0.8 | 0.24 |
| 過硫酸アンモニウム | - | 0.56 |
| 2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)・2塩酸塩 | 0.76 | - |
| ノニオンPP-40R | 1.92 | - |
| ノニオンHS-208 | 4.20 | - |
| ノニオンHS-220 | - | 1.72 |
| LP-20R | - | 2.16 |
| エマルジョン985 | 1.92 | - |
| オゾン2ABT | 2.0 | - |
| ハイテノールN-17 | - | 5.20 |
| 純水 | 288 | 244 |

【0092】製造例3

製造例1で得られた含フッ素撥水撥油剤(a)(これは塩化ビニルを含有する含フッ素撥水撥油剤である。)と製造例2で得られた含フッ素撥水撥油剤(b)(これは、塩化ビニルを含有しない撥水撥油剤である。)を、固形分での重量比8対2で混合して、含フッ素重合体エ

マルジョン混合物を得た。

【0093】比較例1

製造例3で調製した含フッ素重合体エマルジョン混合物0.9gとステインブロック剤(フェノール/ホルムアルデヒド縮合体とポリメタクリル酸の重合比50:50の混合物)(以下、「SB剤」と呼ぶ)5g及び水を加えて全量

が1000gになるように希釈した。このpHが2.5となるように10%スルファミン酸水溶液を加えて処理液を得た。

【0094】この処理液に、水洗してWPU 約25% (WPU: wet pickup, カーベット100gに対して25gの液がのっている場合にWPU25%) に絞ったカーベット (20cm × 20cm, ナイロン6, カットパイル, 密度32oz/yd²) を30秒間浸漬し、WPU (wet pickup) 量が300%となるように絞った。次にカーベットのパイル面を上に向けた状態で常圧スチーマー処理 (温度100~107°C) を90秒間行った。次に2Lの水で軽くリンスした後、遠心脱水を行いWPU量約25%にした。最後に熱キュアを110°Cで10分間行った。

【0095】次に撥水性試験、撥油性試験、ステインブロック性試験及び黄変性試験を実施した。結果を表4に示す。

【0096】比較例2

製造例3で調製した含フッ素重合体エマルジョン混合物0.9g、SB剤5g、10%ギ酸カリウム水溶液100g及び水を加えて全量が1000gになるように希釈した。このpHが2.5となるように10%スルファミン酸水溶液を加えて処理液を得た。比較例1に準じてカーベットに撥剤を処理した。次に撥水性試験、撥油性試験、ステインブロック性試験及び黄変性試験を実施した。結果を表4に示す。

【0097】実施例1

製造例3で調製した含フッ素重合体エマルジョン混合物0.9g、SB剤5g、10%ギ酸カリウム水溶液100g及*

表4

| | 添加塩 | | 硫酸化 ひまし油 | 撥水性 | 撥油性 | SB性 | 黄変性 |
|------|---------|--------------|-------------|------|------|-----|-----|
| | 種類 | 添加量 [g/L] | | | | | |
| 比較例1 | — | 0 | 0 | Fail | Fail | 2 | 2 |
| 比較例2 | ギ酸カリウム | 10 | 0 | 8 | 8 | 7 | 2 |
| 実施例1 | ギ酸カリウム | 10 | 4 | 8 | 6 | 9 | 3 |
| | ギ酸カリウム | 10 | 8 | 9 | 7 | 9 | 4 |
| 比較例3 | 酢酸ナトリウム | 10 | 0 | 8 | 4 | 6 | 2 |
| 実施例2 | 酢酸ナトリウム | 10 | 4 | 9 | 6 | 7 | 3 |
| | 酢酸ナトリウム | 10 | 8 | 9 | 6 | 7 | 4 |

【0101】比較例4

製造例3で調製した含フッ素重合体エマルジョン混合物0.9gとステインブロック剤 (フェノール/ホルムアルデヒド縮合体とポリメタクリル酸の重合比50:50の混合物) (以下、「SB剤」と呼ぶ) 5g及び水を加えて全量が1000gになるように希釈した。このpHが1.5となるように10%スルファミン酸水溶液を加えて処理液を得た。

【0102】この処理液に、水洗してWPU 約25% (WPU: wet pickup, カーベット100gに対して25gの液がのっている場合にWPU25%) に絞ったカーベット (20cm

* ひ硫酸化ひまし油4gまたは8gを添加し、水を加えて全量が1000gになるように希釈した。このpHが2.5となるように10%スルファミン酸水溶液を加えて処理液を得た。比較例1に準じてカーベットに撥剤を処理した。次に撥水性試験、撥油性試験、ステインブロック性試験及び黄変性試験を実施した。結果を表4に示す。

【0098】比較例3

製造例3で調製した含フッ素重合体エマルジョン混合物0.9g、SB剤5g、10%酢酸ナトリウム水溶液100g及び水を加えて全量が1000gになるように希釈した。このpHが2.5となるように10%スルファミン酸水溶液を加えて処理液を得た。比較例1に準じてカーベットに撥剤を処理した。次に撥水性試験、撥油性試験、ステインブロック性試験及び黄変性試験を実施した。結果を表4に示す。

【0099】実施例2

製造例3で調製した含フッ素重合体エマルジョン混合物0.9g、SB剤5g、10%酢酸ナトリウム水溶液100g及び硫酸化ひまし油4gまたは8gを添加し、水を加えて全量が1000gになるように希釈した。このpHが2.5となるように10%スルファミン酸水溶液を加えて処理液を得た。比較例1に準じてカーベットに撥剤を処理した。次に撥水性試験、撥油性試験、ステインブロック性試験及び黄変性試験を実施した。結果を表4に示す。

【0100】

【表4】

×20cm, ナイロン6, カットパイル, 密度32oz/yd²) を30秒間浸漬し、WPU (wet pickup) 量が300%となるように絞った。次にカーベットのパイル面を上に向けた状態で常圧スチーマー処理 (温度100~107°C) を90秒間行った。次に2Lの水で軽くリンスした後、遠心脱水を行いWPU量約25%にした。最後に熱キュアを110°Cで10分間行った。次に撥水性試験、撥油性試験、ステインブロック性試験及び黄変性試験を実施した。結果を表5に示す。

【0103】実施例3

製造例3で調製した含フッ素重合体エマルジョン混合物 0.9g、SB剤 5g、硫酸化ひまし油 4g及び水を加えて全量が1000gになるように希釈した。これのpHが1.5となるように10%スルファミン酸水溶液を加えて処理液を得た。比較例4に準じてカーペットに撥剤を処理した。次に撥水性試験、撥油性試験、ステインブロック性試験及び黄変性試験を実施した。結果を表5に示す。

【0104】

【表5】

表5

| | 硫酸化 ひまし油 [g/L] | 撥水性 | 撥油性 | SB性 | 黄変性 |
|------|----------------------|-----|-----|-----|-----|
| 比較例4 | 0 | 6 | 3 | 6 | 2 |
| 実施例3 | 4 | 7 | 5 | 7 | 3 |

10

*

*【0105】

【発明の効果】本発明によれば、優れた撥水性、撥油性、ステインブロック性および耐黄変性が繊維製品に付与される。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

F I

ターマコード (参考)

C 0 9 K 3/18

1 0 2

C 0 9 K 3/18

1 0 2

1 0 3

1 0 3

D 0 6 M 13/248

D 0 6 M 13/248

15/41

15/41

23/00

23/00

// A 4 7 G 27/00

A 4 7 G 27/00

Z

(72)発明者 楠見 佳代

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン

工業株式会社淀川製作所内

Fターム(参考) 38120 E801 E804 E805

4H020 BA12 BA13 BA22 BA24

4J002 BD05W BD10W BG03X BG08W

BH02W CC04X EU186 FD206

GK02

4L031 AA02 AA03 AA14 AA17 AA18

AA20 AB01 AB21 AB32 AB33

AB34 BA33 CA07 DA19

4L033 AA05 AA07 AA08 AB09 AC03

AC04 BA21 CA15 CA22 CA34